

Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Sintesis Nanosilika dari Sinter Silika Mata Air Panas Sentral, Solok Selatan, Sumatera Barat dengan Metode Kopresipitasi

Hendro Susilo^{*}, Ardian Putra, Astuti

Laboratorium Fisika Bumi, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

^{*}susilohendro71@yahoo.com

ABSTRAK

Nanopartikel silika telah disintesis dari sinter silika yang bersumber dari mata air panas Sentral, Solok Selatan, Sumatera Barat menggunakan metode kopresipitasi. Sintesis dilakukan dengan cara merendam sinter silika dengan HCl 10 M selama 12 jam dan direaksikan dengan NaOH 8 M, 9 M dan 10 M. Larutan disaring dan dititrasi dengan HCl 10 M hingga pH mencapai 1, kemudian dicuci dan dikeringkan dengan oven selama 5 jam dengan suhu 100 °C. Dari hasil karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) didapatkan bahwa sampel yang direaksikan dengan NaOH 8 M dan 9 M, menghasilkan fasa kristal dengan ukuran kristal berturut-turut 224 nm dan 138 nm, sedangkan sampel dengan konsentrasi NaOH 10 M memiliki fasa amorf. Berdasarkan hasil karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) didapatkan ukuran partikel rata-rata berturut-turut 506 nm, 245 nm, dan 202 nm.

Kata kunci : nanopartikel, sinter silika, kristal, XRD, SEM

ABSTRACT

Silica nanoparticles have been synthesized from siliceous sinter sourced from Sentral hot spring, South Solok, West Sumatra using coprecipitation method. Synthesis was performed by immersing the siliceous sinter with 10 M HCl for 12 hours and treating it with NaOH 8 M, 9 M and 10 M. The solution was filtered and titrated with 10 M HCl until pH reaches 1, then washed and dried in oven for 5 hours by 100 °C temperature. The analysis of X-Ray Diffraction (XRD) on that samples, the ones treated with 8 M and 9 M of NaOH form crystal phase which have 224 nm and 138 nm of crystal size, respectively, while the last still remains amorf. Based on the characterization of Scanning Electron Microscopy (SEM), their consecutively particles sizes range 506 nm, 245 nm, 202 nm.

Keywords : nanoparticles, siliceous sinter, crystal, XRD, SEM

I. PENDAHULUAN

Keberadaan sumber daya alam khususnya sumber daya mineral di muka bumi ini sangat melimpah. Salah satu sumber daya mineral yang berpotensi untuk dikembangkan adalah silika (SiO₂). Penggunaan silika semakin meningkat terutama dalam ukuran nanometer yang disebut juga dengan nanosilika. Nanosilika telah dimanfaatkan dalam berbagai bidang.

Sintesis silika memerlukan perlakuan khusus untuk sampai pada skala nanometer, yaitu menggunakan beberapa metode seperti metode *sol-gel process*, metode *hydrothermal*, metode *alkali fusion* dan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan temperatur rendah sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat, yaitu sekitar 12 jam. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Rio, 2011) dan juga merupakan metode paling sederhana dan mudah dilakukan.

Silika terbentuk dari hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti kuarsa dan feldspar, yang berwujud bubuk putih. Silika merupakan senyawa yang tidak reaktif dan hanya dapat dilarutkan dalam asam kuat, contohnya dengan menggunakan asam klorida (HCl). Silika mempunyai tiga bentuk kristal yaitu *quartz*, *cristobalite* dan *trydimite* (Hadi, dkk., 2011).

Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya: luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan elastisitasnya rendah (Kalapathy, dkk., 2000). Nanopartikel silika dapat digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy, dkk., 2000). Nanosilika juga memiliki efek yang signifikan terhadap

kekuatan mikrostruktur geopolimer (Deb, 2015), sifat tarikan, tekanan dan geseran pada komposit epoksi resin (Chira, 2016).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Hayati dan Astuti (2015) didapatkan hasil karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD) sintesis dengan NaOH 5 M mempunyai fasa amorf, sedangkan fasa kristal ditemukan pada sampel dengan konsentrasi NaOH 6 M dan 7 M, menghasilkan ukuran kristal lebih kecil dari 50 nm, memiliki bentuk dan ukuran partikel yang bervariasi antara 25 nm sampai 80 nm. Endhovani dan Putra (2015) telah mengambil sampel sinter silika yang terdapat di sekitar sumber mata air panas Sentral di daerah Sapan Maluluang, Kabupaten Solok Selatan, dan berdasarkan hasil karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF), yang terdapat di sekitar sumber mata air panas kandungan silika tertinggi dihasilkan sebesar 87,42 % dan 89,33 %. Berdasarkan hasil penelitian tersebut Putra dkk. (2015), melakukan sintesis nanopartikel silika pada 4 sampel silika yang diambil dari lokasi tersebut, dan berdasarkan hasil XRD 3 sampel memiliki fasa kristal dengan ukuran rata-rata 15,39 nm, dengan ukuran terbesar 21,08 nm. Satu sampel yang lain menghasilkan fasa amorf.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanosilika dari sinter silika mata air panas Sentral, Kabupaten Solok Selatan. Dengan memvariasikan konsentrasi NaOH yaitu 8 M, 9 M dan 10 M dengan suhu 100 °C menggunakan metode kopresipitasi.

II. METODE

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, pipet spatula logam, corong kaca, cawan keramik, lumpang, kertas saring, kertas ph, timbangan digital, oven, ayakan 200 mesh. Sedangkan bahan yang digunakan adalah sinter silika, *aquades*, HCl 10 M dan NaOH 8 M, 9 M, 10 M. Sampel sinter silika diambil dari sumber mata air panas Sentral, Solok Selatan, Sumatera Barat.

Sinter silika digerus dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh, dan 6 g hasil ayakan disintesis menggunakan metode kopresipitasi, dengan langkah-langkah sebagai berikut: sampel sinter silika direndam dalam HCl 10 M selama 12 jam untuk melarutkan senyawa pengotor yang terkandung pada sampel. Selanjutnya sampel dicuci dengan *aquades* untuk memurnikannya kembali dan dikeringkan dengan oven. Hasil yang terbentuk direaksikan dengan memvariasikan konsentrasi NaOH 8 M, 9 M dan 10 M kemudian disaring menggunakan kertas saring. Larutan yang dihasilkan dititrasi sedikit demi sedikit dengan HCl dengan mengontrol sampai pH mendekati 1. Hasil titrasi dicuci dengan *aquades* untuk menghilangkan NaCl. Sampel dikeringkan dengan oven pada temperatur 100 °C selama 5 jam. Setelah kadar air hilang, dilakukan penggerusan dengan lumpang sehingga didapatkan serbuk.

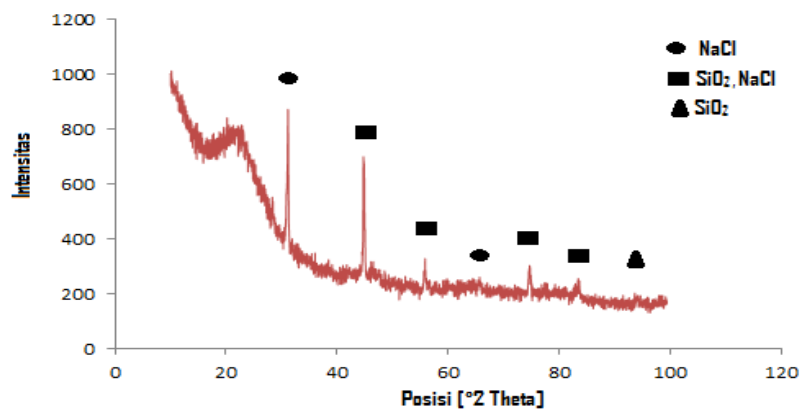
Serbuk yang telah disintesis dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal, sebaran partikel dan morfologi permukaan nanosilika yang terbentuk.

III. HASIL DAN DISKUSI

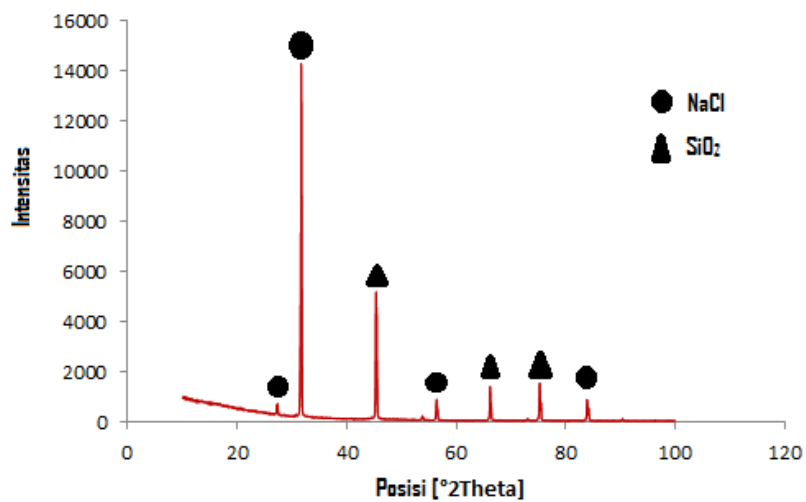
3.1 Struktur dan Ukuran Kristal

Pengujian sampel silika menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui informasi tentang struktur dan ukuran kristal. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 1, 2 dan 3 untuk konsentrasi NaOH 8, 9 dan 10 M. Hasil XRD tersebut dicocokkan dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Database*) dengan kode referensi yang berbeda untuk masing-masing sampel.

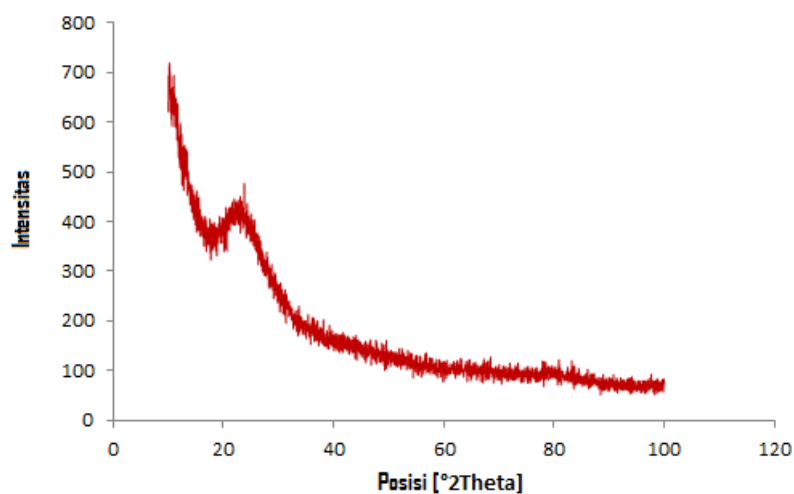
Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa tidak ditemukan puncak difraksi yang mengindikasikan sampel tersebut berada fasa amorf. Fasa amorf mempunyai atom-atom yang terbentuk tidak beraturan. Fasa amorf terjadi karena tingginya konsentrasi NaOH yang direaksikan dengan HCL sehingga terjadinya kesetimbangan reaksi kimia dan mengakibatkan struktur atom tidak berubah dan tetap tidak beraturan.



Gambar 1 Hasil XRD sampel A (NaOH 8 M).



Gambar 2 Hasil XRD sampel B (NaOH 9 M)



Gambar 3 Hasil XRD sampel C (NaOH 10 M)

Hasil perhitungan ukuran kristal dari silika menggunakan variasi konsentrasi NaOH 8 M dan 9 M dapat dilihat pada Tabel 1. Dari tabel dapat dilihat bahwa ukuran kristal silika yang didapatkan ≥ 100 nm. Pada sampel A ukuran kristal silika adalah 224 nm dan sampel B ukuran

kristal silika adalah 138 nm, sedangkan sampel C tidak dapat dihitung karena berada pada fasa amorf.

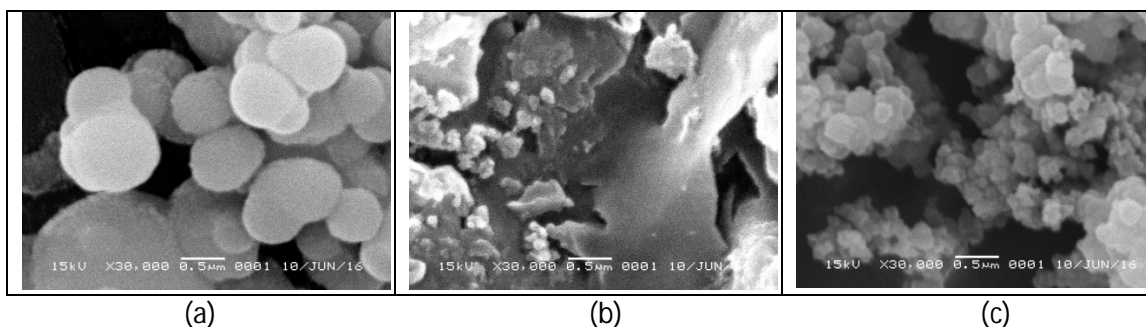
Tabel 2 Ukuran kristal silika dengan konsentrasi NaOH 8 M, 9 M dan 10 M

Sampel	Konsentrasi NaOH (M)	B (rad)	θ (°)	D (nm)
A	8	0,0006699	22,73	224
B	9	0,0010885	22,68	138
C	10	-	-	-

Berdasarkan karakterisasi menggunakan XRD dapat disimpulkan bahwa adanya pengaruh konsentrasi NaOH terhadap banyaknya orientasi kristal. Peningkatan konsentrasi NaOH dari 8 M ke 9 M membuat bertambahnya puncak-puncak difraksi pada silika, sedangkan pada konsentrasi NaOH 10 M terjadi fasa amorf yaitu susunan atomnya tidak teratur dalam rangkaiannya yang pendek. Pengaruh peningkatan konsentrasi NaOH terhadap ukuran kristal silika adalah semakin besar konsentrasi NaOH semakin kecil ukuran kristal silika yang didapatkan.

3.2 Sebaran dan Morfologi Permukaan Silika

Hasil karakterisasi SEM dengan variasi konsentrasi NaOH 8 M, 9 M dan 10 M dapat dilihat pada Gambar 4. Dari Gambar 4a terlihat bahwa sebaran partikel silika lebih seragam (homogen), memiliki ukuran partikel bervariasi antara 242 nm–891 nm dengan rata-rata ukuran partikel sebesar 506 nm. Morfologi permukaan sampel silika lebih dominan berbentuk bulat. Dari Gambar 4b terlihat bahwa sebaran partikel silika tidak seragam (heterogen), memiliki ukuran partikel bervariasi antara 150 nm–620 nm dengan rata-rata ukuran partikelnya sebesar 245 nm. Morfologi permukaan sampel silika mempunyai bentuk yang bervariasi dari bentuk kubus sampai bulat. Dari Gambar 4c terlihat bahwa sebaran partikel silika tidak seragam (heterogen), memiliki ukuran partikel bervariasi antara 40 nm–340 nm dengan rata-rata ukuran partikelnya sebesar 202 nm. Morfologi permukaan sampel silika lebih dominan berbentuk bulat. Sebagian besar partikel-partikel bulat kecil tersebut cenderung berikatan membentuk ikatan atau gumpalan–gumpalan partikel bulat besar atau yang disebut juga aglomerasi.



Gambar 4 Hasil SEM sebaran dan morfologi permukaan nanosilika perbesaran 30.000x menggunakan konsentrasi (a) NaOH 8 M (b) NaOH 9 M (c) NaOH 10 M

Rata-rata ukuran partikel masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 2. Berdasarkan perhitungan dari hasil SEM dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan konsentrasi NaOH menyebabkan penurunan ukuran partikel silika, tetapi membentuk gumpalan-gumpalan antara partikel (aglomerasi).

Tabel 3 Rata-rata ukuran partikel masing-masing sampel

Sampel	Konsentrasi NaOH (M)	Rata-rata Ukuran Partikel (nm)
A	8	506
B	9	245
C	10	202

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil sintesis dan karakterisasi silika dengan variasi konsentrasi NaOH dapat disimpulkan bahwa, dari hasil karakterisasi XRD diketahui bahwa terjadinya pembentukan fasa kristalin (struktur kristal) pada konsentrasi NaOH 8 M ke 9 M, sedangkan pada konsentrasi 10 M terjadi fasa amorf. Ukuran kristal pada konsentrasi NaOH 8 M sebesar 224 nm, sedangkan pada konsentrasi NaOH 9 M sebesar 138 nm. Dari karakterisasi SEM didapatkan ukuran partikel pada konsentrasi NaOH 8 M bervariasi antara 242 nm-891 nm, pada konsentrasi 9 M didapatkan ukuran partikel antara 150 nm-620 nm, sedangkan pada konsentrasi 10 M didapatkan ukuran partikel antara 40 nm-340 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Chira, A., Kumar, A., Vlach, T., Laiblova, L., Skapin, A.S., Hajek, P., 2016, Property improvement of alkali resistant glass fibres/epoxy composite nanosilica for textile reinforced concrete applications, *Materials & Design*, 89(5), 146-155.
- Deb, P.S., Sarker, P.K., Barbhuiya, S., 2015, Effects of nano-silica on the strength development of geopolymer cured at room temperature, *Construction and Building Materials*, 101 (1), 675-683.
- Endhovani, R., dan Putra, A., 2015, Analisis Konduktivitas Termal dan Porositas Sinter Silika Sumber Mata Air Panas di Sapan Maluluang, Kecamatan Alam Pauh Duo, Kabupaten Solok Selatan, *Jurnal Fisika Unand*, Padang.
- Hadi, S., Munasir., Triwikantoro., 2011, Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar menggunakan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, Vol. 7, No 2, Jur. Fisika ITS.
- Hayati, R., dan Astuti, 2015, Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika Unand*, 4 (3), 282-287.
- Kalpathy., Proctor, A., Shultz, J., 2000, A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*. Vol.73, hal. 257-262.
- Putra, A., Astuti, Susilo, H., Rhomar, Z., Endhovani, R., Nugroho, E.B., 2015, Sintesis Nanopartikel Silika dari Sinter Silika Mata Air Panas Sentral, Solok Selatan, Sumatera Barat Menggunakan Metode Kopresipitasi, Prosiding Seminar Nasional Fisika (SNF), Mataram.
- Rio, B.F., 2011, Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik, *Jurnal Nanoteknologi*, UNAND, Padang.
- Smallman, R.E., dan Bishop, R.J., 1999, *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Edisi Keenam, Erlangga, Jakarta.